

**ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВ ЖЕЛЕЗА
В ФТОРИСТОВОДОРОДНОЙ КИСЛОТЕ, В ТРЕХОКИСИ СУРЬМЫ
И В ГИДРОФОСФАТЕ АММОНИЯ**

Ю. Л. ЛЕЛЬЧУК, Л. Л. СКРИПОВА, Б. Н. БЕСПРОЗВАННЫХ

(Представлена научным семинаром химико-технологического факультета)

Ранее [1] нами разработана методика фотометрического определения следов железа в виде комплекса с α , α' -дипиридилем в олове высокой чистоты с чувствительностью $n \cdot 10^{-6}\%$. В настоящей работе уточнены отдельные детали метода и изучены условия его применения для определения следов железа в фтористоводородной кислоте в трехокиси сурьмы и в гидрофосфате аммония, используемых для производства люминофора «Л-34».

Поставленные опыты показали, что при определении следов железа в вышеперечисленных объектах расход 2%-ного раствора α , α' -дипиридила может быть без ущерба снижен до 0,5 мл на каждое определение, время созревания комплекса железа с α , α' -дипиридилем к фотометрированию после сливания реактивов может быть уменьшено до 15 мин. **Использованная** ранее [1, 2] комплексующая восстанавливающая буферная смесь из винной кислоты, сульфита натрия, хлористого натрия и едкого натра для связывания олова, сурьмы и мешающих микропримесей других металлов в прочные комплексы, для восстановления трехвалентного железа до двухвалентного, для создания и поддержания оптимального pH раствора комплекса железа с α , α' -дипиридилем в пределах 3,3—3,5, и способ ее очистки от следов железа могут быть с успехом применены при анализе всех вышеперечисленных объектов. Фторид- и фосфат-анионы после обработки анализируемых навесок фтористоводородной кислоты и гидрофосфата аммония соляной кислотой [1 : 1] не мешают определению следов железа. Определение может быть закончено фотометрированием водного раствора комплекса на фотоколориметр-нефелометре ФЭКН-57 или экстракцией комплекса 1 мл смеси бензола с мета-крезолом и сравнением интенсивности окраски экстракта со стандартной шкалой.

Точность предлагаемых методик проверена методом добавок. Результаты определения следов железа в фтористоводородной кислоте, в трехокиси сурьмы и в гидрофосфате аммония, используемых для производства люминофора «Л-34», приведены в табл. 1.

В работе использованы реактивы квалификации «х.ч.» и «ч. д. а»; вода, дважды перегнанная; соляная кислота, практически полностью очищенная от следов железа изотермической перегонкой и хроматографически анионитом АН-2Ф [3]; комплексующая восстанавливающая буферная смесь, приготовленная растворением 7,5 г хлористого натрия 30 г винной кислоты, 15 г сульфита натрия и 10—11 г твердого едкого

натра в 500 мл дважды перегнанной воды. Очистка смеси от следов железа осуществлялась двухкратной обработкой ее 2%-ным раствором α, α' -дипиридила и последующим удалением образующего комплекса железа экстракцией смесью бензола с мета-крезолом.

Таблица 1

Определение следов железа в фтористоводородной кислоте, в трехокиси сурьмы и в гидрофосфате аммония

Взято для анализа г	Добавлено железа, мкг	Найдено железа			Отклонение от среднего, %
		мкг	%	среднее значение, %	
NF					
2	—	5,46	$2,73 \cdot 10^{-4}$	$2,79 \cdot 10^{-4}$	—2,1
1	—	2,89	$2,89 \cdot 10^{-4}$		+3,6
1	—	2,76	$2,76 \cdot 10^{-4}$		—1,1
1	1	3,82			+1,1
Sb_2O_3					
0,5	—	7,03	$1,41 \cdot 10^{-3}$	$1,52 \cdot 10^{-3}$	—7,2
0,25	—	4,33	$1,73 \cdot 10^{-3}$		+13,8
0,25	—	3,56	$1,42 \cdot 10^{-3}$		—6,6
0,25	1	4,79			—0,3
$(NH_4)_2HPO_4$					
0,1	—	14,02	$1,40 \cdot 10^{-2}$	$1,39 \cdot 10^{-2}$	+0,7
0,1	—	14,02	$1,40 \cdot 10^{-2}$		+0,7
0,1	—	13,78	$1,38 \cdot 10^{-2}$		—0,7
0,1	1	15,40			+3,6

Определение следов железа во фтористоводородной кислоте

Полиэтиленовой пипеткой с грушей отбирают 1 или 2 мл анализируемой фтористоводородной кислоты, переносят их в платиновую чашку и выпаривают досуха под выпарительной электролампой в бюксе из оргстекла. К сухому остатку добавляют 0,5 мл особо чистой HCl [1 : 1], 10 мл комплексообразующей восстанавливающей буферной смеси и нагревают до кипения. К нагретому раствору добавляют 0,5 мл 2%-ного раствора α, α' -дипиридила, перемешивают, переносят раствор в мерную колбочку емкостью 25 мл, дают остыть, добавляют бидистиллят до метки, тщательно перемешивают и оставляют стоять на 10—15 мин. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоколориметре-нефелометре ФЭКН-57 при зеленом светофильтре № 4 с максимумом пропускания в 508 мкм в кюветах с толщиной слоя 50 мм. Раствором сравнения служит бидистиллят. По оптической плотности раствора узнают содержание железа из калибровочного графика полученного при тех же условиях для стандартного раствора железа.

Одновременно ставят глухой опыт, в котором вместо фтористоводородной кислоты берут 1 или 2 мл воды и добавляют все реактивы в тех же количествах и с той же последовательностью, что и в анализируемый раствор. Измеряют его оптическую плотность и вносят поправку на содержание следов железа в реактивах.

Продолжительность анализа 1 час. Относительная ошибка определения не превышает $\pm 5\%$.

Определение следов железа в трехокиси сурьмы

Точную навеску трехокиси сурьмы в пределах 0,1—0,25 г обрабатывают в платиновой или кварцевой чашке 0,5 мл особо чистой HCl [1 : 1], затем добавляют 20 мл комплексующей восстанавливающей буферной смеси, нагревают до кипения и кипятят 3 минуты, добавляют 0,5 мл 2-%-ного раствора α, α' -дипиридила, переносят в мерную колбочку емкостью 25 мл и продолжают определение по вышеописанной методике для фтористоводородной кислоты.

Продолжительность анализа 1 час. Относительная ошибка определения не превышает ± 10 —15%.

Определение следов железа в гидрофосфате аммония

Точную навеску гидрофосфата аммония в пределах 0,1—0,5 г в платиновой или кварцевой чашке обрабатывают 2 мл особо чистой HCl [1 : 1], добавляют 10 мл комплексующей восстанавливающей буферной смеси, нагревают до кипения, добавляют 0,5 мл 2%-ного раствора α, α' -дипиридила и продолжают определение по вышеописанной методике для фтористоводородной кислоты.

Продолжительность анализа 1 час. Относительная ошибка не превышает ± 3 —5%.

В выполнении экспериментальных работ участвовала студентка Г. Н. Дембовская.

Выводы

Предложены методики определения следов железа дипиридиллом во фтористоводородной кислоте, в трехокиси сурьмы и в гидрофосфате аммония, используемых в производстве люминофора «Л-34».

ЛИТЕРАТУРА

1. Ю. Л. Лельчук, П. В. Кристалёв, Л. Л. Скрипова, Л. Б. Кристалёва. «Промышленность химических реактивов». Информационный бюллетень ИРЕА, № 4, 109, 1964.
2. Б. М. Липшиц, Г. К. Смирнова, Ф. С. Куликова. Заводская лаборатория, 10, 1199, 1961.
3. Ю. Л. Лельчук, Р. Д. Глуховская. Известия ТПИ, т. 132, 72, 1966.